

**VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS**

**PCT**

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT**

(Kapitel II des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens)



Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 08337.4	<b>WEITERES VORGEHEN</b>	
siehe Formblatt PCT/PEA/416		
Internationales Aktenzeichen PCT/EP2004/003014	Internationales Anmelde datum (Tag/Monat/Jahr) 22.03.2004	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 21.03.2003
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C23C16/27		
Anmelder CEMECON AG et al.		

- Bei diesem Bericht handelt es sich um den internationalen vorläufigen Prüfungsbericht, der von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde nach Artikel 35 erstellt wurde und dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt wird.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 7 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.
- Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; diese umfassen
  - (an den Anmelder und das Internationale Büro gesandt) insgesamt 8 Blätter; dabei handelt es sich um
    - Blätter mit der Beschreibung, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit Berichtigungen, denen die Behörde zugestimmt hat (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsvorschriften).
    - Blätter, die frühere Blätter ersetzen, die aber aus den in Feld Nr. 1, Punkt 4 und im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde eine Änderung enthalten, die über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgeht.
  - (nur an das Internationale Büro gesandt) insgesamt (bitte Art und Anzahl der/des elektronischen Datenträger(s) angeben), der/die ein Sequenzprotokoll und/oder die dazugehörigen Tabellen enthält/enthalten, nur in computerlesbarer Form, wie im Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll angegeben (siehe Abschnitt 802 der Verwaltungsvorschriften).
- Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:
  - Feld Nr. I Grundlage des Bescheids
  - Feld Nr. II Priorität
  - Feld Nr. III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erforderliche Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
  - Feld Nr. IV Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
  - Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erforderlichen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
  - Feld Nr. VI Bestimmte angeführte Unterlagen
  - Feld Nr. VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
  - Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 19.01.2005	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 23.08.2005
Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Joffreau, P-O Tel. +49 89 2399-8451

# **INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT**

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2004/003014

## **Feld Nr. I Grundlage des Berichts**

1. Hinsichtlich der **Sprache** beruht der Bericht auf der internationalen Anmeldung in der Sprache, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.
  - Der Bericht beruht auf einer Übersetzung aus der Originalsprache in die folgende Sprache, bei der es sich um die Sprache der Übersetzung handelt, die für folgenden Zweck eingereicht worden ist:
    - internationale Recherche (nach Regeln 12.3 und 23.1 b))
    - Veröffentlichung der internationalen Anmeldung (nach Regel 12.4)
    - internationale vorläufige Prüfung (nach Regeln 55.2 und/oder 55.3)
2. Hinsichtlich der **Bestandteile\*** der internationalen Anmeldung beruht der Bericht auf *(Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt)*:

### **Beschreibung, Seiten**

2, 5, 8-19 in der ursprünglich eingereichten Fassung  
1, 3, 3a, 4, 6, 7 eingegangen am 20.01.2005 mit Schreiben vom 18.01.2005

### **Ansprüche, Nr.**

eingegangen am 20.01.2005 mit Schreiben vom 18.01.2005

## **Zeichnungen, Blätter**

## 1-5 In der ursprünglich eingerelichten Fassung

einem Sequenzprotokoll und/oder etwaigen dazugehörigen Tabellen - siehe Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll

3.  Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- Beschreibung: Seite
- Ansprüche: Nr. 8-20
- Zeichnungen: Blatt/Abb.
- Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
- etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):

4.  Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der diesem Bericht beigefügten und nachstehend aufgelisteten Änderungen erstellt worden, da diese aus den im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2 c)).

- Beschreibung: Seite
- Ansprüche: Nr.
- Zeichnungen: Blatt/Abb.
- Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
- etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):

\* Wenn Punkt 4 zutrifft, können einige oder alle dieser Blätter mit der Bemerkung "ersetzt" versehen werden.

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT  
ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT**

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2004/003014

**Feld Nr. II Priorität**

1.  Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung der beanspruchten Priorität erstellt worden, da folgende angeforderte Unterlagen nicht innerhalb der vorgeschriebenen Frist eingereicht wurden:
  - Abschrift der früheren Anmeldung, deren Priorität beansprucht worden ist (Regel 66.7(a)).
  - Übersetzung der früheren Anmeldung, deren Priorität beansprucht worden ist (Regel 7(b)).
2.  Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung der beanspruchten Priorität erstellt worden, da sich der Prioritätsanspruch als ungültig erwiesen hat (Regel 64.1). Für die Zwecke dieses Berichts gilt daher das obengenannte internationale Anmelde datum als das maßgebliche Datum.
3. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

**siehe Beiblatt**

**Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35 (2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

1. Feststellung  
Neuheit (N) Ja: Ansprüche 4,6,7  
Nein: Ansprüche 1-3,5  
Erfinderische Tätigkeit (IS) Ja: Ansprüche  
Nein: Ansprüche 1-7  
Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) Ja: Ansprüche: 1-7  
Nein: Ansprüche:

2. Unterlagen und Erklärungen (Regel 70.7):

**siehe Beiblatt**

**Feld Nr. VI Bestimmte angeführte Unterlagen**

1. Bestimmte veröffentlichte Unterlagen (Regel 70.10)  
und / oder
2. Nicht-schriftliche Offenbarungen (Regel 70.9)

**siehe Beiblatt**

**Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung**

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken:

**siehe Beiblatt**

**Zu Punkt II**

**Priorität**

- 1). Das Prioritätsdatum vom 21.03.2003 ist anerkannt.

**Zu Punkt V**

**Begründete Feststellung hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

- 1). Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen:

D1: Ali N et al: "Promoting secondary nucleation using methane modulations during diamond chemical vapor deposition to produce smoother, harder, and better quality films" J. Mater. Res. (USA), Journal Of Materials Research, Feb. 2003, Mater. Res. Soc, USA, Bd. 18, Nr. 2, Februar 2003 (2003-02), Seiten 296-304, XP009034569 ISSN: 0884-2914

D2: Ali N et al: "Deposition of polycrystalline diamond films using conventional and time-modulated CVD processes" Thin Solid Films, Elsevier Sequoia, NL, Bd. 420-421, 2. Dezember 2002 (2002-12-02), Seiten 155-160, XP004397837 ISSN: 0040-6090

D3: Fan Q H et al: "Novel time-modulated chemical vapor deposition process for growing diamond films" J. Mater. Res. (USA), Journal Of Materials Research, July 2002, Mater. Res. Soc, USA, Bd. 17, Nr. 7, Juli 2002 (2002-07), Seiten 1563-1566, XP009034570 ISSN: 0884-2914

D4: Lee J-W et al: "Cyclic technique for the enhancement of highly oriented diamond film growth" Thin Solid Films, Elsevier-sequoia S.A. Lausanne, CH, Bd. 303, Nr. 1-2, 15. Juli 1997 (1997-07-15), Seiten 264-268, XP004087644 ISSN: 0040-6090

D5: Komarov S F et al: "Self-limiting Diamond Growth From Alternating CF<sub>x</sub> And H Fluxes" Diamond And Related Materials, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, NL, Bd. 7, Nr. 8, 1. August 1998 (1998-08-01), Seiten 1087-1094, XP000668682 ISSN: 0925-9635

D6: US-A-5 567 522 (Takahashi Toshiya et al) 22. Oktober 1996 (1996-10-22)

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER  
BERICHT ZUR PATENTIERBARKEIT  
(BEIBLATT)**

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2004/003014

D7: DE 199 22 665 A (Fraunhofer Ges Forschung) 23. November 2000 (2000-11-23)

D8: WO 01/18284 A (Vandenbulcke Lionel; Barros Maria Isabel DE (FR)) 15. März 2001 (2001-03-15)

D9: Chen L C et al: "Growth Of Highly Transparent Nanocrystalline Diamond Films And A Spectroscopic Study Of The Growth" Journal Of Applied Physics, American Institute Of Physics. New York, US, Bd. 89, Nr. 1, 1. Januar 2001 (2001-01-01), Seiten 753-759, XP001053812 ISSN: 0021-8979

D10 Jiang N et al: "Synthesis and structural study of nano/micro diamond overlayer films" Journal Of Crystal Growth, North-holland Publishing Co. Amsterdam, NL, Bd. 242, Nr. 3-4, Juli 2002 (2002-07), Seiten 362-366, XP004368868 ISSN: 0022-0248

D11 Ali N et al: "Nanocrystalline diamond films deposited using a new growth regime" Mater. Sci. Technol. (UK), Materials Science And Technology, July 2003, Inst. Mater, UK, Bd. 19, Nr. 7, Juli 2003 (2003-07), Seiten 987-990, XP009034515 ISSN: 0267-0836

D12 Ali N et al: "Implementation of the time-modulated process to produce diamond films using microwave-plasma and hot-filament CVD systems" Vacuum (UK), Vacuum, 25 July 2003, Elsevier, UK, Bd. 71, Nr. 4, 25. Juli 2003 (2003-07-25), Seiten 445-450, XP002290488 ISSN: 0042-207X

2). Die vorliegende Anmeldung erfüllt nicht die Erfordernisse des Artikels 33(1) PCT, weil der Gegenstand des Anspruchs 1 im Sinne von Artikel 33(2) PCT nicht neu ist.

Dokument D9 offenbart (siehe Seite 1, Zeile 5-13; Seite 2, Zeile 3-7; Seite 4, Zeile 3-7; Seite 5, Zeile 19-28) ein Körper mit einem Substrat, wobei dieses Substrat ein mit Haftungsschicht beschichteter Titankörper ist, und mindestens eine auf der Oberfläche des Substrats aufgebrachten Schicht, wobei die Schicht aus nanokristallinem Diamant (1 bis 50 nm) besteht und wobei die Schichtoberfläche eine Oberflächenrauhigkeit Rz aufweist, die geringer ist als die Oberflächenrauhigkeit Rz der Substratoberfläche (siehe Seite 5, Zeile 26-27).

3). Die abhängigen Ansprüche 2 bis 6 scheinen keine zusätzliche Merkmale zu enthalten, die in Kombination mit den Merkmalen des Anspruchs 1, auf den die

Ansprüche 2 bis 6 rückbezogen sind, zu einem auf Neuheit oder erfinderischer Tätigkeit beruhenden Gegenstand führen könnten. Tatsächlich beziehen sich diese Ansprüche - sofern sie nicht schon dem obengenannten Dokument D9 direkt entnehmbar sind (Ansprüche 2, 3 und 5, siehe insbesondere Seite 12, Zeile 10 und 26-27; Seite 13, Zeile 22-23; Seite 16, Zeile 26-33) - auf Merkmale, die entweder in diesem Sachgebiet durchaus üblich sind oder im -Rahmen des fachmännischen Könnens ohne erfinderisches Zutun ermittelt werden können (Ansprüche 4 und 6).

- 4). Die vorliegende Anmeldung erfüllt nicht die Erfordernisse des Artikels 33(1) PCT, weil der Gegenstand des Anspruchs 7 nicht auf einer erfinderischen Tätigkeit im Sinne von Artikel 33(3) beruht.

Ein Verfahren zur CVD-Beschichtung, bei dem auf einem Substrat in einer Kohlenstoffhaltigen Gasatmosphäre eine Diamantschicht abgeschieden wird, wobei die Prozeßparameter während der Beschichtungsdauer so variiert werden, daß mehrfach während der Beschichtungsdauer zwischen einem ersten Betriebszustand und einem zweiten Betriebszustand gewechselt wird, wobei im ersten Betriebszustand eine höhere Kohlenstoff-Übersättigung der Gasatmosphäre in Substratnähe eintritt, und im zweiten Betriebszustand eine geringere Kohlenstoff-Übersättigung der Gasatmosphäre in Substratnähe eintritt, ist schon aus dem Stand der Technik offenbart, wie zum Beispiel in Dokumenten D1, D3, D4 und D7.

Der Einfluß eines solchen Verfahrens über die Größe der Diamantkristalliten, e.g. über einen Verkleinerungseffekt, sowie über die Glättung der Diamantschicht, e.g. über eine Verringerung der Oberflächenrauhigkeit, ist klar aus diesen Dokumenten zu entnehmen.

Die Anpassung der im Dokumente D1, D3, D4 und/oder D7 offenbarten Prozeßparameter um eine Schicht aus nanokristallinem Diamant zu bekommen, ist für den Fachmann möglich ohne erfinderisches Zutun.

**Zu Punkt VI**  
**Bestimmte angeführte Unterlagen**

- 1). Dokument D11, obwohl es nicht Stand der Technik im Sinne von Regel 64.1 (a) und (b) PCT sind, weil es nach der Prioritätsdatum offenbart worden ist, offenbaren alle technischen Merkmale der unabhängigen Ansprüche 1 und 7.

Es wird deshalb in diesem Bescheid zitiert (Regeln 64.3 and 70.10 PCT).

**Zu Punkt VIII**

**Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung**

- 1). Der Anspruch 7 entspricht nicht den Erfordernissen des Artikels 6 PCT, weil der Gegenstand des Schutzbegehrens nicht klar definiert ist. In dem Anspruch wird versucht, den Gegenstand durch das zu erreichende Ergebnis zu definieren ("der Wechsel (...) so erfolgt, daß..."); damit wird aber lediglich die zu lösende Aufgabe angegeben, ohne die für die Erzielung dieses Ergebnisses notwendigen technischen Merkmale zu bieten.

- 1 -

**Körper mit glatter Diamantschicht, sowie Vorrichtung und Verfahren hierfür.**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren ~~und eine Vorrichtung~~ zur CVD-Beschichtung sowie 5 einen beschichteten Körper.

Zur Herstellung hochwertiger Werkzeuge ist es bekannt, Körper aus einem Substratmaterial mit einer Oberflächenbeschichtung zu versehen. Insbesondere sind Hartmetall-Werkzeuge (bspw. Bohrer oder Fräser) bekannt, bei denen mindestens der Bereich der 10 Schneiden mit einer Diamantschicht beschichtet ist. Zum Aufbringen von Oberflächenbeschichtungen sind CVD-Verfahren und entsprechende Vorrichtungen bekannt.

In der WO 98/35071 der Anmelderin ist ein CVD-Verfahren sowie eine hierbei verwendete Vorrichtung (CVD-Beschichtungsanlage) beschrieben. In einer Vakuumkammer der 15 Beschichtungsanlage wird ein Hot-Filament CVD-Prozeß durchgeführt, bei dem als Prozeßgas eine Mischung aus H<sub>2</sub> und CH<sub>4</sub> auf Heizfilamente gegeben und dort thermisch zerlegt wird. Bei Substrattemperaturen zwischen 700°C und 1000°C entsteht auf einem Hartmetall- oder Cermetsubstrat eine Diamantschicht von bspw. 15µm Dicke.

20 In der WO 00/60137 der Anmelderin ist ebenfalls ein CVD-Verfahren zur Erzeugung von Diamantschichten mittels eines Hot-Filament Prozesses beschrieben. Auf einem Werkzeug sind zwei Schichten aufgebracht, von denen die zweite, äußere Schicht einen höheren Temperaturausdehnungskoeffizienten aufweist. Diese zweite Schicht kann aus nanokristallinem Diamant bestehen. Das angegebene Verfahren zur Erzeugung einer nanokristallinen 25 Diamantschicht hat sich aber als aufwendig erwiesen.

Herkömmliche, polykristalline CVD-Diamantschichten weisen aufgrund ihres Aufbaus eine gewisse Rauheit auf. Da bei den üblichen Substraten die anfänglichen Keime zufällig orientiert sind, die Wachstumsgeschwindigkeit aber von der Ausrichtung der kri- 30 stallographischen Ebenen der Kristallite abhängt, überwachsen die zur Oberfläche günstig orientierten Kristalle die anderen, so daß die Schichtoberfläche im Laufe der Prozeßdauer von immer weniger Kristalliten gebildet wird. Dies ist in Fig.3 beispielhaft dargestellt. Diese Form des Schichtwachstums ist beschrieben in "Evolutionary selec-

- 3 -

wendungen bestehen wegen der Kohlenstofflöslichkeit und der Diffusion des Binders nur geringe Prozeßfenster bei Temperatur und Kohlenstoffgehalt der Prozeßatmosphäre. Auch die Schichtdicke ist nicht mehr frei wählbar, da eine gewisse Mindestdicke erreicht werden muß, um das Überwachsen der unerwünschten Kristalle zu gewährleisten.

5

Es ist Aufgabe der Erfindung, einen beschichteten Körper und ein Verfahren ~~sowie eine Vorrichtung~~ zu dessen Herstellung anzugeben, wobei die Struktur und Oberfläche des Körpers so beschaffen ist, daß er verbesserte mechanische Eigenschaften hat, und das Verfahren und die Vorrichtung einfach und kostengünstig sind.

10

Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren ~~nach Anspruch 1~~, einen Körper nach Anspruch ~~2~~ und eine ~~Vorrichtung~~ nach Anspruch ~~3~~. Abhängige Ansprüche beziehen sich auf bevorzugte Ausführungen der Erfindung.

*nfügung Seite 3a]* Ein erfindungsgemäßes Körper kann hergestellt werden, bezüglich des Verfahrens und der Vorrichtung wird die Aufgabe gelöst, indem die Prozeßparameter während der Beschichtungsdauer variiert werden. Dies geschieht in einer solchen Weise, daß mehrfach während der Beschichtungsdauer zwischen zwei Betriebszuständen gewechselt wird.

20 In einem ersten Betriebszustand sind die Parameter so gewählt, daß eine höhere Kohlenstoff-Übersättigung der Gasatmosphäre in Substratnähe eintritt. Hingegen sind die Parameter im zweiten Betriebszustand so eingestellt, daß eine im Vergleich zum ersten Zustand geringere Kohlenstoff-Übersättigung der Gasatmosphäre in Substratnähe eintritt. Das Verfahren beruht also auf einer zyklischen Erhöhung und Verringerung der 25 Übersättigung des Prozeßgases mit Kohlenstoff.

*Eine für diese Art der Beschichtung geeignete*

*Die erfindungsgemäße Vorrichtung sieht eine entsprechende automatische Steuerung der Prozeßparameter über die Beschichtungsdauer vor.*

*...:*

30 Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren und der erfindungsgemäßen Vorrichtung lassen sich durch geeignete Wahl der Wechsel zwischen den Zuständen ~~finkristalline bis~~ nanokristalline CVD-Diamantschichten herstellen, die eine homogene Oberfläche und Struktur sowie eine erhöhte Bruchzähigkeit aufweisen. Im Vergleich zu nachträglichen

25 Bei dem ~~Bezüglich des beschichteten Körpers wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die auf dem Substrat aufgebrachte Schicht aus nanokristallinem Diamant besteht~~  
~~besteht~~

Hierdurch ist die Oberfläche der Schicht besonders glatt und hervorragend zum Einsatz

30 als Werkzeug geeignet, besonders als Zerspanungswerkzeug.

Bevorzugt beträgt die Oberflächenrauhigkeit  $Rz$  weniger als  $2\mu m$ , besonders bevorzugt sogar weniger als  $1\mu m$ . ~~Erfindung gemäß ist~~ Wie oben erwähnt ist es weiter bevorzugt, daß die Oberflächen-

rauhigkeit der Schicht geringer ist als die der Substratoberfläche (Nivellierungseffekt).

Gemäß einer Weiterbildung besteht die Diamantschicht aus ungeordneten, untexturierten Kristallen einer Größe von  $5-100\text{ nm}$ .

5

Es ist möglich, daß der fertige Körper außer dem Substrat und der nanokristallinen Diamantschicht weitere Schichten aufweist. Dies können einerseits Zwischenschichten sein (zwischen Substrat und der nanokristallinen Diamantschicht). Andererseits kann die nanokristalline Diamantschicht eine von mehreren Schichten einer Mehrlagenbeschichtung (Multilayer) sein. *Kann*

- 4 -

Glättungsverfahren ist so auf sehr einfache Weise ein glatte Oberfläche zu erreichen, wobei die Glättung in-situ durch die Wachstumsbedingungen im Prozeß erfolgt. Hierdurch wird auch eine glatte Oberfläche bei komplexen Geometrien erzielbar.

- 5 Die Steuerung der Übersättigung kann durch Variation der Substrattemperatur und/oder durch Variation der Zusammensetzung des zugeführten Gases erreicht werden. Bevorzugt wird der effektive, d.h. an der Reaktion beteiligte Kohlenstoffgehalt der Gasatmosphäre gezielt geändert.
- 10 Die Diamantschicht wird auf einem Substat aufgebracht, beispielsweise aus einem Hartmetall (bevorzugt WC-Co) oder aus Silizium. Hierbei kann die Schicht direkt auf der Substratoberfläche aufgebracht sein, oder es können Zwischenschichten vorgesehen sein.
- 15 Die Schichten können feinkristallin (Einzelkristalle 0,1-2 µm groß) oder bevorzugt sind nanokristallin (Einzelkristalle 1-100 nm groß) sein. Bevorzugt ist die Schicht im Wesentlichen untexturiert und besteht aus einzelnen, ungeordneten Kristalliten von geringer Größe.
- 20 Die Schichten weisen bevorzugt eine sehr geringe Oberflächenrauheit auf. Die nach DIN gemessene mittlere Rauhtiefe  $R_z$  beträgt bevorzugt weniger als 2 µm, besonders bevorzugt weniger als 1 µm. Im Gegensatz zu bisher bekannten Schichten steigt die Oberflächenrauhigkeit mit höherer Schichtdicke nicht an, solange keine Verunreinigungen (z. B. Staub) hinzutreten.
- 25 Bei der Herstellung der ordnungsgefähren Körper wird bevorzugt ist es sogar möglich, daß die Oberflächenrauhigkeit durch die Beschichtung verringert wird, d.h. rauhe Substrate werden sogar geglättet. So können Rauhigkeiten des Substrates ausgeglichen werden, wie in Fig. 7 und 8 dargestellt (Nivellierungseffekt). Dann ist der Wert der Oberflächenrauhigkeit  $R_z$  der Schicht geringer als die Oberflächenrauhigkeit  $R_z$  der Substratoberfläche. Die entsprechenden Werte können aus Bruch- oder Schliffbildern wie in Fig. 7 dargestellt abgeschätzt werden.

Hierbei kann die Nivellierung mit steigender Schichtdicke zunehmen. Beispielsweise

- 6 -

Für den Wechsel zwischen den Betriebszuständen kommen verschiedene Parameter in Frage, die beim Wechsel verändert werden können. Einerseits ist abwechselnde Erhöhung und Verringerung des Anteils des Kohlenstoffträgergases (bspw. Methan) in der bei CVD-Diamantverfahren bevorzugten Wasserstoffatmosphäre möglich. Ebenso ist eine Verringerung / Erhöhung der Prozeßgastemperatur möglich, wobei die im ersten Betriebszustand niedrigere Temperatur zu einem Abkühlen des Gases in der Nähe Substratoberfläche und damit ebenfalls zu einer Kohlenstoffübersättigung führt. Die unterschiedlichen Betriebszustände können aber bspw. auch erzeugt werden, indem der effektive Kohlenstoffanteil beeinflußt wird. Hierfür ist bevorzugt, daß der Volumenanteil des Kohlenstoffträgergases über das übliche Maß hinaus konstant erhöht wird, und der Wechsel zwischen hoher und geringer Übersättigung durch zyklische Zugabe eines weiteren Reaktionsgases, bspw. eines sauerstoffhaltigen Gases gesteuert wird. Hierbei kommt es durch Reaktion mit dem Kohlenstoff zu stabilen Verbindungen wie Kohlenoxiden, die für das Wachstum zur Verfügung stehenden Kohlenstoffanteile reduziert, d.h. daß der effektive Kohlenstoffanteil auf diese Weise geändert wird. Als weitere Maßnahme kann der Stickstoffanteil in der Beschichtungsatmosphäre im ersten und im zweiten Betriebszustand unterschiedlich sein. Schließlich sind natürlich Kombinationen der genannten Maßnahmen denkbar.

Bei dem vorgeschlagenen Verfahren und mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird eine CVD-Beschichtung bevorzugt im Hot Filament-Verfahren durchgeführt, d.h. daß die zugeführten Gase an Heizwendeln (=Filamenten) thermisch zerlegt werden. Bevorzugt wird, daß das Verfahren in einer Wasserstoffatmosphäre mit einem Anteil kohlenstoffhaltigen Gases durchgeführt wird.

~~Bezüglich des beschichteten Körpers wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die auf dem Substrat aufgebrachte Schicht aus nanokristallinem Diamant besteht.~~

Hierdurch ist die Oberfläche der Schicht besonders glatt und hervorragend zum Einsatz als Werkzeug geeignet, besonders als Zerspanungswerkzeug.

~~Bevorzugt beträgt die Oberflächenrauhigkeit Rz weniger als 2µm, besonders bevorzugt sogar weniger als 1µm. Wie eben erwähnt ist es weiter bevorzugt, daß die Oberflächen-~~

-7-

~~—rauhigkeit der Schicht geringer ist als die der Substratoberfläche (Nivellierungseffekt).~~

Gemäß einer Weiterbildung besteht die Diamantschicht aus ungeordneten, untexturierten Kristallen einer Größe von 5-100 nm.

5

Es ist möglich, daß der fertige Körper außer dem Substrat und der nanokristallinen Diamantschicht weitere Schichten aufweist. Dies können einerseits Zwischenschichten sein (zwischen Substrat und der nanokristallinen Diamantschicht). Andererseits kann die nanokristalline Diamantschicht eine von mehreren Schichten einer Mehrlagen-  
10 ~~Beschichtung (Multilayer) sein.~~

Nachfolgend werden Ausführungsformen der Erfindung anhand von Zeichnungen näher beschrieben. Hierbei zeigen:

15 Fig. 1 eine symbolische Darstellung einer Beschichtungsvorrichtung;  
Fig. 2 eine symbolische Darstellung eines Querschnitts durch eine nanokristalline Diamantschicht (Kristallgröße nicht maßstäblich);  
Fig. 3 eine symbolische Darstellung eines Querschnitts durch eine herkömmliche Diamantschicht (Kristallgröße nicht maßstäblich);  
20 Fig. 4 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Oberfläche einer herkömmlichen Diamantschicht;  
Fig. 5 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines Bruchs bei einer herkömmlichen Diamantschicht;  
Fig. 6 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Oberfläche einer nanokri-  
25 stallinen Diamantschicht;  
Fig. 7 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines Bruchs bei einer nanokristallinen Diamantschicht auf einem Hartmetall-Substrat;  
Fig. 8 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines Bruchs bei einer nanokristallinen Diamantschicht auf einer Hartmetall-Schneide;  
30 Fig. 9 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Ansicht einer Cauliflower-Diamantschicht (entnommen aus Chi-Fu Chen et al, in Diamond and Related Materials 2 (1993) 732-736).

- 1 -

PCT/EP2004/003014 (08337.4)

### **Ansprüche**

5

1. Körper mit

- einem Substrat,
- und mindestens einer auf der Oberfläche des Substrats aufgebrachten Schicht,
- wobei die Schicht aus nanokristallinem Diamant besteht,
- und wobei die Schichtoberfläche eine Oberflächenrauhigkeit Rz aufweist, die geringer ist als die Oberflächenrauhigkeit Rz der Substratoberfläche.

10

2. Körper nach Anspruch 1, bei dem

- die Schichtoberfläche eine Oberflächenrauhigkeit Rz von weniger als 2 µm, bevorzugt weniger als 1 µm aufweist.

15

3. Körper nach einem der Ansprüche 1 oder 2, bei dem

- die Diamantschicht aus ungeordneten, untexturierten Kristallen besteht,
- wobei die Kristalle eine Größe von 5-100nm aufweisen.

20

4. Körper nach einem der vorangehenden Ansprüche,

- wobei der Körper ein Werkzeug, bevorzugt ein Zerspanungswerkzeug ist.

25

5. Körper nach einem der vorangehenden Ansprüche, bei dem

- das Substrat ein Hartmetallsubstrat ist.

6. Körper nach einem der vorangehenden Ansprüche, bei dem

- zusätzliche Schichten auf der nanokristallinen Diamantschicht aufgebracht sind.

- 2 -

7. Verfahren zur CVD-Beschichtung, bei dem

- auf einem Substrat in einer kohlenstoffhaltigen Gasatmosphäre eine Diamantschicht abgeschieden wird,
- wobei die Prozeßparameter während der Beschichtungsdauer so variiert werden, daß mehrfach während der Beschichtungsdauer zwischen einem ersten Betriebszustand und einem zweiten Betriebszustand gewechselt wird,
- wobei im ersten Betriebszustand eine höhere Kohlenstoff-Übersättigung der Gasatmosphäre in Substratnähe eintritt,
- und im zweiten Betriebszustand eine geringere Kohlenstoff-Übersättigung der Gasatmosphäre in Substratnähe eintritt,
- wobei der Wechsel zwischen den Betriebszuständen so erfolgt, daß auf dem Substrat eine nanokristalline Diamantschicht entsteht, deren Schichtoberfläche eine Oberflächenrauhigkeit Rz aufweist, die geringer ist als die Oberflächenrauhigkeit Rz der Substratoberfläche.